

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-078516
(43)Date of publication of application : 30.03.1993

(51)Int.Cl. C08K 3/22
B65D 65/40
C08K 7/00

(21)Application number : 03-157269 (71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD
(22)Date of filing : 28.06.1991 (72)Inventor : OKU MITSUMASA
IMAI SUNAO
MURASAWA KOICHIRO

(54) FILLER FOR ANTISTATIC PACKAGING MATERIAL, RESIN COMPOSITION FOR ANTISTATIC PACKAGING MATERIAL, AND ANTISTATIC PACKAGING MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an antisatic packaging material which has an optimal level of electrical conductivity, is less apt to warp or cause a dust, and can be colored in any tint, and to provide materials therefor.

CONSTITUTION: The objective composition comprises a resin and 10-80wt.% zinc oxide whiskers having a length of 3-200 μ m in terms of base-to-tip distance, an aspect ratio of 3-50, and a resistivity of 105-109 Ω cm.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-78516

(43)公開日 平成5年(1993)3月30日

(51)Int.Cl.⁵

C 08 K 3/22

B 65 D 65/40

C 08 K 7/00

識別記号 庁内整理番号

K A E 7167-4 J

Z 9028-3 E

K C J 7167-4 J

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数21(全 10 頁)

(21)出願番号

特願平3-157269

(22)出願日

平成3年(1991)6月28日

(71)出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72)発明者 奥 光正

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72)発明者 今井 直

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72)発明者 村澤 浩一郎

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

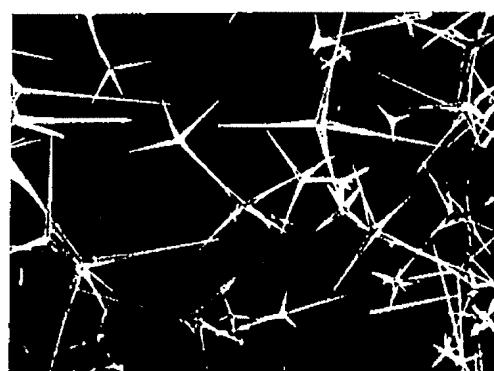
(74)代理人 弁理士 石原 勝

(54)【発明の名称】 非導電性包装材用フィラーと非導電性包装材用樹脂組成物及び非導電性包装材

(57)【要約】

【目的】 最適な導電レベルを有し、反りの発生が小さく、低発塵性で、かつ任意に彩色可能な非導電性包装材とその材料を提供する。

【構成】 樹脂に、基部から先端までの長さが3~200 μ mで、アスペクト比が3~50で、かつ抵抗率が10⁵~10⁹ Ω ·cmの酸化亜鉛ウイスカを10~80 wt %含有している。



100 μ m

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基部から先端までの長さが3～200μmで、アスペクト比が3～50で、かつ抵抗率が10⁵～10⁹Ω・cmの酸化亜鉛ウィスカから成ることを特徴とする非帶電性包装材用フィラー。

【請求項2】 酸化亜鉛ウィスカが、核部とこの核部から異なる4軸方向に伸びた針状結晶部からなるテトラポット状酸化亜鉛ウィスカである請求項1記載の非帶電性包装材用フィラー。

【請求項3】 樹脂に少なくとも、基部から先端までの長さが3～200μmで、アスペクト比が3～50で、かつ抵抗率が10⁵～10⁹Ω・cmの酸化亜鉛ウィスカを含有していることを特徴とする非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項4】 酸化亜鉛ウィスカが、核部とこの核部から異なる4軸方向に伸びた針状結晶部からなるテトラポット状酸化亜鉛ウィスカである請求項3記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項5】 樹脂に酸化亜鉛ウィスカを10～80重量%含有していることを特徴とする請求項3又は4記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項6】 樹脂が熱可塑性樹脂である請求項3、4又は5記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項7】 熱可塑性樹脂が結晶性樹脂である請求項6記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項8】 結晶性樹脂がポリプロピレン樹脂である請求項7記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項9】 結晶性樹脂がポリブチレンテレフタレート樹脂である請求項7記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項10】 熱可塑性樹脂が非晶性樹脂である請求項6記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項11】 非晶性樹脂がポリエーテルスルホンである請求項10記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項12】 非晶性樹脂がポリエーテルイミドである請求項10記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項13】 非晶性樹脂がポリカーボネート樹脂である請求項10記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項14】 非晶性樹脂が変性PPE樹脂である請求項10記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項15】 樹脂が熱硬化性樹脂である請求項3、4又は5記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項16】 熱硬化性樹脂がフェノール樹脂である請求項15記載の非帶電性包装材用樹脂組成物。

【請求項17】 樹脂に少なくとも、基部から先端までの長さが3～200μmで、アスペクト比が3～50で、かつ抵抗率が10⁵～10⁹Ω・cmの酸化亜鉛ウィスカを含有している樹脂組成物から成ることを特徴とする非帶電性包装材。

【請求項18】 酸化亜鉛ウィスカが、核部とこの核部

から異なる4軸方向に伸びた針状結晶部からなるテトラポット状酸化亜鉛ウィスカである請求項17記載の非帶電性包装材。

【請求項19】 樹脂に酸化亜鉛ウィスカを10～80重量%含有していることを特徴とする請求項17又は18記載の非帶電性包装材。

【請求項20】 包装材がIC搬送トレーである請求項17、18又は19記載の非帶電性包装材。

【請求項21】 樹脂にステンレス繊維と酸化亜鉛ウィスカの両方を含有していることを特徴とする請求項17、18、19又は20記載の非帶電性包装材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は非帶電性包装材と、それ用いる樹脂組成物と、さらにそれに配合するフィラーに関するものである。

【0002】詳しくは、IC(集積回路)や精密機械部品の製造、搬送工程で、製品を静電気から保護するための非帶電性の包装材に関するものであり、包装材の具体例としては半導体の包装、保管や運搬に用いるIC搬送トレー、ICマガジン、通いトレー等の包装材を例示できる。

【0003】本発明の好適な利用分野として特にIC搬送トレーが挙げられる。

【0004】

【従来の技術】近年、産業の著しい発展とともに、ICや精密機械部品の製造、搬送工程で、製品を静電気から保護する非帶電性の包装材の需要が活発になっている。

【0005】中でも、最近の半導体産業の急発展の中で、IC搬送トレーの使用量には目をみはるものがあり、同時に質に対する要求も近年益々高まっている。

【0006】従来、非帶電性の包装材には、各種樹脂にカーボンブラックを混合したものが主流であった。

【0007】特に、IC搬送トレーにおいては、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリブチレンテレフタレート、ポリエーテルサルホンやフェノール樹脂等に、カーボンブラックを配合して導電性を付与し、さらに必要な場合、マイカやタルクを併用して配合し、「そり防止」などの成形精度の向上を図ることが行われていた。

【0008】一方、特開平1-225663号公報では、酸化亜鉛ウィスカを用いた導電性樹脂成形物が開示され、静電気破壊防止のための包装、保管、運搬用の材料として示されているが、本発明は構成をさらに発展改善し、非帶電性の包装材に最適な導電性(即ち、静電気拡散性材料:表面抵抗値10⁵Ω/□～10⁹Ω/□)を持った構成にし、かかる樹脂組成物で非帶電性包装材を構成しようとするものである。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】一般に、非絶縁性の樹脂材料は通電の度合いにより、静電気防止性(表面抵抗

率: $10^9 \sim 10^{14} \Omega/\square$) と、静電気拡散性 ($10^5 \sim 10^9 \Omega/\square$) 、それに導電性 ($10^5 \Omega/\square$ 未満) の 3 レベルに分類されている。さらに、これらの 3 レベルの中では、静電気を常に確実にかつ安全に除去するのは 2 番目の静電気拡散性 (表面抵抗率: $10^5 \sim 10^9 \Omega/\square$) の材料とされている。

【0010】しかるに、従来のカーボンブラック混入樹脂は、カーボンブラック固有の導電率が基本的に高いが故に、それを混入した樹脂組成物の導電率も極めて高くなり、安定して得られる樹脂組成物は必然的に「導電性」(表面抵抗率: $10^5 \Omega/\square$ 未満) とならざるを得なかった。従って、これらの樹脂は必ずしも非導電性包装材に最適なものではなかった。

【0011】次に、特に IC 搬送トレーでは、重ねて高温多湿気中で使用する等から、成形物の成形精度、特に「反り」に対する要求が極めて高いものがある。このため、樹脂にカーボンブラックと併用して大量のマイカやタルク等の無機充填剤を混入することが行われているが、このことによりできた樹脂組成物は極めて脆い、衝撃に弱いものであった。従って、これらの IC 搬送トレーは、成形物の一部が摩擦や衝撃により剥がれたり、摩耗し易く、結果的にカーボン含有の「導電性」樹脂の脱落による環境汚染が問題となっていた。特にこれらの IC 搬送トレー等はクリーンルーム内で使用されることも多く、カーボンの粉塵やほこりは悪質な環境汚染 (コンタミネーション) をもたらす元凶であった。

【0012】また、作業的にもこれらの IC 搬送トレーの使用は、テーブルや衣服、手袋などの汚れ (黒く汚れる) を生じるため、優れた材料の開発が望まれていた。

【0013】さらに、従来のカーボンブラック混入樹脂は、黒色以外は不可能なため、例えば近年多品種になつた IC を一目瞭然に判別できるように色分けした IC トレーに収納するなどの効率化に不向きな材料であった。

【0014】本発明は、上記従来の問題点に鑑み、優れた非導電性を備え、反りの発生が少なく、低発塵性でかつ任意に彩色可能な包装材とそれに用いる樹脂組成物と、さらにそれに用いるフィラーを提供することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記課題に対して鋭意研究を重ねた結果、基部から先端までの長さが $3 \sim 200 \mu\text{m}$ で、アスペクト比が $3 \sim 50$ で、かつ抵抗率が $10^5 \sim 10^9 \Omega\text{-cm}$ の酸化亜鉛ウイスカを非導電性包装材用フィラーとしたものである。

【0016】また、本発明は樹脂に少なくとも上記フィラーを含有した非導電性包装材用樹脂組成物を提供するものである。

【0017】さらに、本発明は上記樹脂組成物から成る非導電性包装材を提供する。

【0018】又、本発明では、酸化亜鉛ウイスカが、核

部とこの核部から異なる 4 軸方向に伸びた針状結晶部からなるテトラポット状酸化亜鉛ウイスカであることが好適である。

【0019】さらに、樹脂に酸化亜鉛ウイスカを $10 \sim 80$ 重量%含有することが好適である。

【0020】又、本発明では、樹脂が熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂の両方を用いることができ、熱可塑性樹脂では、結晶性樹脂と非晶性樹脂の両方を用いることができる。

10 【0021】結晶性樹脂では、特にポリプロピレン樹脂やポリブチレンテレフタレート樹脂が好適であり、非晶性樹脂では、特にポリエーテルスルホン樹脂やポリエーテルイミド樹脂、ポリカーボネート樹脂、変性 P P E 樹脂が好適であり、熱硬化性樹脂では、特にフェノール樹脂が好適である。

【0022】又、本発明は非導電性包装材が IC 搬送トレーである場合に好適である。

【0023】

【作用】酸化亜鉛ウイスカの導電性は、 $ZnO : Zn$ で表記される ZnO の基本的な半導体の性質によりもたらされる。しかし、 ZnO についてよく知られている通り、その導電性はその生成条件やドーピングの条件 (元素や量に依存) によって大きく変化し、例えば $10^{-2} \Omega\text{-cm}$ から $10^{12} \Omega\text{-cm}$ 程度まで様々な導電レベルの ZnO が存在する。

【0024】これらの中で本発明では抵抗率が $10^5 \sim 10^9 \Omega\text{-cm}$ の酸化亜鉛ウイスカが好適に作用する。特に上記サイズのテトラポット状酸化亜鉛ウイスカを樹脂フィラーとして用いた場合、全方向に等方的な補強をするため、成形物の「反り」を防止する役目を果たす。

【0025】即ち、本発明ではテトラポット状酸化亜鉛ウイスカを樹脂に配合することにより、成形精度 (反りがない) の高い静電気拡散性の包装材が最適に実現する。この場合、配合する添加量が相対的に少量で済むのと、ウイスカにミクロな補強性が存在するため、樹脂本来の強度や特長を損ねることが極めて少ない。

【0026】本発明では、従来、樹脂に大量のカーボンブラックと、マイカ等の無機充填剤を配合して得られた機能を、酸化亜鉛ウイスカの配合のみで解決できる。即ち、本発明では従来 2 種類のフィラーにより得られた別々の 2 つの機能を 1 つのフィラーで解決できる。さらに、その結果として付随的に本発明の包装材や樹脂組成物は、ウイスカによりミクロに補強されているため、粉塵やほこりの発生が起きることがなく、特にクリーンルーム内の使用に最適となる。

【0027】又、酸化亜鉛は従来より白色顔料にまで使われるほど白色性に富んでおり、本発明で用いる酸化亜鉛ウイスカも例外ではない。従って、酸化亜鉛ウイスカを配合した樹脂組成物は白色であり、着色剤を併用して各種色に着色することができ、カラー分けのできる包装

材として最適なものとなる。その上、酸化亜鉛の白色性は、従来の代表的な白色導電材である酸化錫／アンチモン系のものは紫外線や光を浴びると変色や退色するのに比べ、色変化が殆どないのが特長である。

【0028】さらに、本発明で用いる酸化亜鉛ウイスカは、耐熱性が高く、線膨張係数が小さく、水に不溶なセラミック系フィラーであるため、IC搬送トレーに最適なフィラーとなる。即ち、IC搬送トレーはICの乾燥（ベーキング）工程で高温（130～200°C）に晒され、そのためにトレーの耐熱性や小さな線膨張係数が要求されるため、酸化亜鉛ウイスカが最適である。

【0029】さらに、ICのリードフレームに有害なイオウイオンや塩素イオンを含まない点でも酸化亜鉛ウイスカが適している。

【0030】

【実施例】以下、本発明を実施例を用いて具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0031】本発明では、非帶電性包装材において新規な導電フィラーとして、酸化亜鉛ウイスカを用い、より好適にはテトラポット状酸化亜鉛ウイスカを用いる。この酸化亜鉛ウイスカの電子顕微鏡写真を図1に示す。

【0032】しかも、本発明で用いる酸化亜鉛ウイスカは基部から先端までの長さが3～200μmで、アスペクト比が3～50で、抵抗率が10⁵～10⁹Ω-cmのものが好適である。

【0033】この酸化亜鉛ウイスカは、製造的には表面に酸化皮膜を有する金属亜鉛粉末を酸素を含む雰囲気下で加熱処理して生成させることができる。この時、生成場所の違いによりウイスカの大きさや抵抗率の異なる酸化亜鉛ウイスカが生成される場合があるが、この時は上記特性以外の酸化亜鉛ウイスカは分離し、排除することができる。

【0034】この酸化亜鉛ウイスカのX線回折図をとると、すべて酸化亜鉛のピークを示し、一方電子線回折の結果も、転移、格子欠陥の少ない単結晶性を示した。又、不純物含有量も少なく、原子吸光分析の結果、酸化亜鉛が99.9%であった。

【0035】ところで、酸化亜鉛ウイスカの針状結晶部が4軸以外に、3軸、2軸あるいは1軸のものが混在する場合があるが、これは4軸のウイスカの一部が折損したものである。

【0036】さらに、樹脂に混入した場合には、混練の応力により4軸の酸化亜鉛ウイスカから1軸のウイスカに折損する場合も多い。

【0037】次に、酸化亜鉛ウイスカの基部から先端までの長さが200μmを越えるものと、アスペクト比（長さ／基部の径）が50を超えるものは、混練時の折損が激しいのと、量産性に優れないため実用的でなく、好ましくない。

【0038】また、長さが3μmより小さい酸化亜鉛ウイスカは導電付与性能が極めて劣り、反り防止効果が無く、ミクロ補強効果がないため好ましくない。

【0039】さらに、アスペクト比が3より小さい酸化亜鉛ウイスカは粒状の性質が強くなり、樹脂組成物のミクロ補強性に劣り、発塵量が増えるため好ましくない。

【0040】次に、酸化亜鉛ウイスカの抵抗率が10⁵Ω-cmより大きな酸化亜鉛ウイスカは、その樹脂組成物の静電気拡散性が10⁵～10⁹Ω/cmの範囲外となるため好ましくない。

【0041】以上の理由から、本発明で好適なのは、長さが3～200μm、より好ましくは8～50μmで、アスペクト比が3～50、より好ましくは5～20で、抵抗率が10⁵～10⁹Ω-cm、より好ましくは10⁷～10⁹Ω-cmの酸化亜鉛ウイスカである。

【0042】酸化亜鉛ウイスカの抵抗率の調整は、生成中、あるいは生成後に、アルミニウムあるいは銅元素等をドーピングすることにより行うことができる。例えば、銅をドーピングして高抵抗化を図り、アルミニウムをドーピングして低抵抗化を図ることができる。

【0043】次に、酸化亜鉛ウイスカの抵抗率の測定方法を具体的に示す。

【0044】まず、酸化亜鉛ウイスカを0.5g採取し、直径20mmの一对の平板電極で均等に挟み、5kg/cm²の圧力を試料に均一にかける。次に、この一对の平板電極間の抵抗を超絶縁抵抗計（HP社製、High Resistance Meter 4329A）を用いて、測定電圧25Vで読み取る。次に、酸化亜鉛ウイスカの圧粉試料を取り出し、ノギスで試料厚みを測定し、この試料厚みと、試料面積（3.14cm²）、それに先に求めた抵抗値より計算で抵抗率を求める。このとき以下に示す計算式を用いる

$$P [\Omega \cdot \text{cm}] = R \cdot S / t$$

ここで、R [Ω] : 抵抗値

S [cm²] : 試料面積

t [cm] : 試料厚み

但し、測定条件は25°C、40%RHとする。

【0045】本発明の非帶電性包装材用樹脂組成物やそれを用いた非帶電性包装材に用いる樹脂は、熱可塑性樹脂と熱硬化性樹脂のいずれをも用いることができ、さらに熱可塑性樹脂は、結晶性樹脂及び非晶性樹脂のいずれも用いることができる。

【0046】使用する熱可塑性樹脂は限定するものではないが、ポリプロピレン、ポリエチレン、塩素化ポリエチレン、ポリエチレンテレフタート、ポリブチレンテレフタート、ポリアミド、ポリスルホン、ポリエーテルイミド、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンスルホン、ポリフェニレンサルファイト、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ABS樹脂、ポリブタジエン、ポリメチルメタクリレート、ポリアクリル

ニトリル、ポリアセタール、ポリカーボネート、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、エチレン-テトラフロロエチレン共重合体、芳香族ポリエステル、ポリ弗化ビニル、ポリ弗化ビニリデン、ポリ塩化ビニリデン、"テフロン"（デュポン社製フッ素樹脂）、ポリアリレート、ポリ塩化ビニル、グラフト化ポリフェニレンエーテル（変性PPE樹脂）、ポリスチレン等の単独又はこれらの共重合体から成る樹脂や、かかる樹脂の2種以上のアロイや混合物が適用される。

【0047】とりわけ、結晶性成分の多い樹脂が好適な結果を与えるが、中でもポリプロピレン樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂が電気特性と機械特性の両面から特に好ましい。

【0048】一方、熱可塑性樹脂のうち非晶性樹脂は、成形収縮や反りの面で好適な結果を与えるため使用されるが、特にポリエーテルスルホン樹脂、ポリエーテルイミド、ポリカーボネート、変性PPE樹脂が、耐熱性に優れ好適である。さらに、熱可塑性樹脂では、メルトフローレートが1グラム/10min以上、好ましくは10グラム/10min以上の樹脂が好適である。このメルトフローレートはASTM-D1238に準拠するものである。

【0049】さらに、熱硬化性樹脂では、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ウレタン樹脂、シリコン樹脂、メラミン-ユリア樹脂等が適用されるが、特にフェノール樹脂が耐熱性に適しており好適である。

【0050】次に、樹脂中への酸化亜鉛ウイスカの配合率は、特に限定するものでないが、10重量%以上で80重量%以下でも好適に作用する。特に、30重量%以上で80重量%以下が好ましく、さらに35重量%以上で70重量%以下が最も望ましい。

【0051】その理由は、10重量%未満では、充分な導電性と「反り」防止効果とミクロ補強性が不充分であり、80重量%を越えると、電気特性が飽和する上、組成物の衝撃性が低下し脆くなる上、コスト的に不利なものとなり好ましくない。

【0052】また、本発明は従来より用いられてきた導電フィラー、即ち、銀、銅、金、アルミニウム、ニッケル、パラジウム、鉄、ステンレス鋼等の金属系や、酸化錫、アンチモンドープ酸化錫、導電性チタン酸カリウム、酸化インジウム、酸化鉛等の金属酸化物系、あるいは炭化珪素、炭化ジルコニア、炭化チタニウム等の炭素物系、あるいは高導電性カーボン、グラファイト、アセチレンブラック等の炭素系の粉末、フレーク、ビーズ、繊維、あるいは例えばアンチモンドープ酸化錫などの上記粉末材料を絶縁性あるいは低導電性の各種粉末、フレーク、ビーズ、繊維系材料に各種方法でコートした導電フィラーを適量配合して、導電性やその他の物性を改善することを妨げるものでないことは勿論である。

中でも、ステンレス繊維（1～50重量%）との併用が特に有利である。

【0053】また、一方ポリアセチレン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリアニリン、TCNQ等の有機導電性高分子の粉末やフレークを導電性フィラーとして適量併用したり、高アルコール、第4級アンモニウム塩、カリウム塩やナトリウム塩タイプの両性カチオン・アニオン型帶電防止剤を適量添加することも妨げるものでない。

10 【0054】その他、全体の導電性を著しく損なうことのない範囲で、各種機械物性の改善やトータルコスト低減、あるいは難燃化の目的で、従来より用いられてきた各種充填剤や難燃剤（例えば、ガラスファイバ、ガラスフレーク、ガラスピーズ、タルク、マイカ、炭酸カルシウム、クレー、硫酸バリウム、水酸化アルミニウム、アルミナ、酸化チタン、シリカ、ホワイトカーボン、けいそう土、二硫化モリブデン、カーボンブラック、グラファイト、木粉、ホスファゲン化合物、リン酸エステル等）、さらに酸化チタン、酸化亜鉛、ベンガラ等の着色剤、各種安定剤や劣化防止剤等を適量配合することもまた何ら差し支えない。

20 【0055】特に、マイカやガラスファイバ、さらにはガラスフレークとの併用により、成形物の「反り」抑制を図ることは効果的である。

【0056】次に、樹脂と酸化亜鉛ウイスカの混合混練には、従来よりこの種の複合材料の混練に用いられてきた各種装置が用いられる。即ち、単軸式や多軸式の押出機の使用が良好な結果を与え、またリボンブレンダーやスーパー-ミキサー（ヘンシエルミキサー）などのスクリュー回転翼式容器固定型、あるいは水平円筒型や傾斜円筒型、又はV型のタンブルミキサー等の容器回転型混合機等が用いられる。

30 【0057】さらに、非導電性包装材の成形には、従来より樹脂の成形に適用されてきたすべての成形加工法を適用することができる。即ち、射出成形、押出成形、圧縮成形、真空成形、吹込み成形などが特に適している。

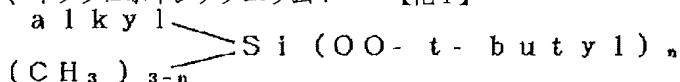
【0058】次に、場合によりバランスの取れた特性を目指して、カップリング剤で表面処理した酸化亜鉛ウイスカが用いられる。カップリング剤としては、シラン系あるいはクロム系あるいはチタン系カップリング剤、それにシリルパーオキサイド系、有機リン酸系が使用できるが、特にシランカップリング剤が有効である。

40 【0059】シランカップリング剤としては、 γ -アミドオキシプロピルトリメトキシシラン（A-187）、 γ -メタクリルオキシプロピルトリメトオキシシラン（A-174）、ビニルートリス（ベータメトキシエトキシ）シラン（A-172）、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン（A-1100）、ビニルトリエトキシシラン、ベータ、3、4エポキシシクロヘキシルエチルトリメトキシシラン、ガンマメルカプトプロピルト

リメトキシシランなどが用いられ、特にA-187系が有効である。

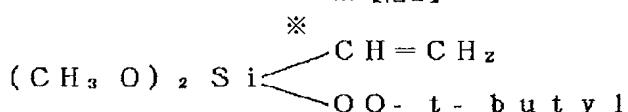
【0060】クロム系カップリング剤としては、メタクリレートクロミッククロライド(MCC:Volan;DuPont社製品名)等が用いられる。

【0061】チタン系カップリング剤としては、テトライソプロピルチタネート、テトラブチルチタネート、テトラステアリルチタネート、イソプロポキシチタニウム*



【0064】や、

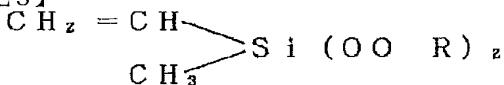
【0065】



【0066】や、

【0067】

【化3】

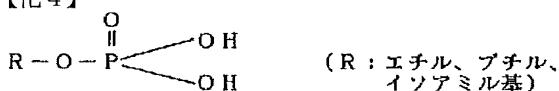


【0068】などが使用できる。

【0069】また、有機リン酸系カップリング剤としては、

【0070】

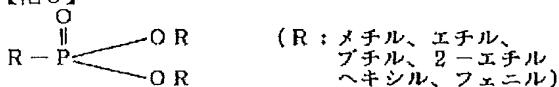
【化4】



【0071】や、

【0072】

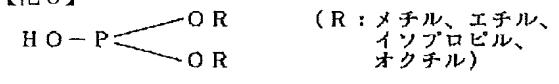
【化5】



【0073】や、

【0074】

【化6】



【0075】などが使用できる。

【0076】また、カップリング剤による表面処理の仕方は、一般的な粉体の表面処理方法が適用できる。

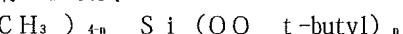
【0077】例えば、シランカップリング剤を例にとると、

① シランカップリング剤を水(少量のHClを含む)か溶剤(少量の酢酸を含む)に溶解する。

【0078】② 100°C以下に加熱する(カップリン

*ステアレート、チタニウムラクテートなどが使用できる。

【0062】次に、シリルパーオキサイド系カップリング剤としては、

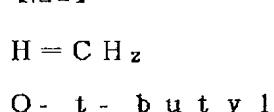


や、

【0063】

【化1】

※【化2】



グ剤分子が加水分解する)。

【0079】③ この溶液中に処理しようとする酸化亜鉛ウイスカを入れ、よく分散したスラリーを作る(粉体表面にカップリング剤分子の反応層が形成される)。

【0080】④ 酸化亜鉛ウイスカを処理液から分離、乾燥後、150°C以下に加熱処理する。

【0081】以上の工程により表面処理が完了する。

【0082】この他、酸化亜鉛ウイスカを攪拌しながら、表面処理剤を含んだ溶液をスプレーして表面処理する方法でもよい。

【0083】カップリング剤を酸化亜鉛ウイスカに対して、0.005wt%~10wt%処理することにより効果が現れるが、特に0.01wt%~5wt%の範囲において効果が大きい。

【0084】次に、本発明の非帶電性包装材は、基本的に各種静電気対策品に応用することができる。即ち、IC搬送トレー、ICマガジン、ICやプリント基板等の通いトレー、導電性パッケージ、コンテナ、真空成形用導電シート、人体アース装置、導電性フロアマット、静電靴、導電性基板ホルダー、導電袋、導電密封容器等に本発明を応用することを妨げるものではない。

【0085】中でも、IC搬送トレーは、一般に大きさが大体20cm×30cm×厚さ数mmの大きさのものが多いが、本発明は特に常温や高温(130~200°C)で使用するIC搬送トレーに適用でき、とりわけ色分け管理の可能な着色IC搬送トレーに対して特に好適である。

【0086】酸化亜鉛ウイスカは、非帶電性包装材用フィラーとして製品となることができ、非帶電性包装材用樹脂組成物はペレット状や粉状、あるいは成形体として製品となり、非帶電性包装材はIC搬送トレーやICマガジン、通いトレー等の完成製品となる。

【0087】(実施例1) 純度99.99%の純亜鉛線を、アーク放電方式による溶射法で空気中に溶射し、直

後、その粉末（金属亜鉛粉末）1kgを回収し、これをイオン交換水500g中に投入し、乳鉢型擂潰機で20分間攪拌処理する。次に、温度26°Cの水中に72時間放置熟成する。水量は粉体層から約1cmの水位を保ち、大気中で保管した。この水中放置後、150°Cで30分間の乾燥を行うことにより、粉末表面の水分を除去する。次に、この粉末をアルミナ磁器製のルツボ中に入れ、予め970°Cに保たれた炉内に、ルツボを配置して約1時間の加熱処理を行った。この結果、ルツボ内の下層部には団塊状酸化亜鉛が生成され、上層部には、みかけ嵩密度0.08の巨大テトラポット状酸化亜鉛ウィスカ集合体が生成された。生成酸化亜鉛中の上記ウィスカ集合体の割合は82重量%であった。得られた酸化亜鉛ウィスカの電子顕微鏡写真を図1に示す。

【0088】このウィスカー集合体の各部よりサンプリングして抵抗率を測定したところ、 1.2×10^8 ~ 1.8×10^8 Ω-cmの範囲内に分布しており、平均 1.5×10^8 Ω-cmであることがわかった。このようにして得られた酸化亜鉛ウィスカーを非導電性包装材用フィラーとした。

【0089】（実施例2）上記実施例1と同じ方法で、充分な量の酸化亜鉛ウィスカを得た。まず、酸化亜鉛ウィスカを3kg秤量し、次にポリプロピレン樹脂（三菱油化製；グレードBC1；メルトフローレート：33g/10min）を2kg秤量して両者を充分に均一に混合した。次に、この混合体を一軸のルーダのホッパーに投入し、充分混練し押し出すことにより樹脂組成物ペレットを得た。この時、樹脂の最高温度は190°Cであった。このようにして得られたペレットを非導電性包装材用樹脂組成物とした。

【0090】次に、このペレットを用い、通常の射出成形機を用いてIC搬送トレーを作成した。この時、金型温度は50°Cで、シリンドラの最高温度は200°Cであった。また、IC搬送トレーの形状は、15cm×30cm×厚み5mmであった。

【0091】このトレーの特性を評価したところ、表1の通りであり、IC搬送トレーとして極めて優れた特性を備えていることがわかる。一方、このトレーの断面を

電子顕微鏡で観察したところ、テトラポット形状の酸化亜鉛ウィスカの残存率は4%であり、大部分のテトラポット形状が1軸の針状に折損していることが分かった。

【0092】（実施例3、4）酸化亜鉛ウィスカの大きさや配合量を変えて実施例2と同様にIC搬送トレーを作成し、評価した結果を同じく表1に示した。

【0093】（実施例5～9）まず、抵抗率と大きさの異なる酸化亜鉛ウィスカを準備した。次に、ポリブチレンテレフタレート樹脂（大日本インキ化学工業（株）社製；プラナックBT-1000S01）、ポリエーテルスルホン樹脂（住友化学工業（株）社製；VICTREX PES非強化）、ポリエーテルイミド樹脂（GEプラスチックス社製；ウルテム1000）、ポリカーボネート樹脂（帝人化成（株）社製；パンライトL-1225）、変性PPE樹脂（GEプラスチック社製；ノリル731J）を用意し、ごく一般的な条件と手法で実施例2と同様に混練し、ペレットを得た後、IC搬送トレーを作成し、評価に供した。その結果を表1に示した。

【0094】（実施例10）まず、テトラポット状酸化亜鉛ウィスカを用意した。次に、フェノール樹脂（住友ベークライト（株）社製；スミコンPM-8320）と高導電性カーボンブラックを用意した。3者を所定量秤量し、充分に均一混合した後、圧縮成形機でIC搬送トレーを成形した。この時、金型温度は170°Cで、成形圧力は450kg/cm²であった。結果を表1に示した。

【0095】（比較例1）アルミニウムをドープした酸化亜鉛ウィスカを用意し、実施例2と同様にしてIC搬送トレーを作成し、評価した結果を表2に示した。

【0096】（比較例2）超小型の酸化亜鉛ウィスカを用いて評価した結果を同じく表2に示した。

【0097】（比較例3）実施例2で用いたポリプロピレン樹脂に、マイカを40重量%と高導電性カーボンブラックを20重量%混練し、ペレットとし、IC搬送トレーを作成し、評価した。基本的な作成方法は実施例2に従った。その結果を表2に示した。

【0098】

【表1】

樹脂	樹脂組成物			配合率 (重量%)	
	酸化亜鉛ウィスカ				
	長さ (μ m)	アスペクト 比	抵抗率 ($\Omega\text{-cm}$)		
実施例2	PP	8~50	5~20	1.5×10^8 60	
実施例3	PP	8~50	5~20	1.5×10^8 50	
実施例4	PP	3~200	3~50	1.2×10^8 40	
実施例5	PBT	10~30	7~15	4×10^5 45	
実施例6	PES	10~20	10~20	5×10^6 70	
実施例7	PEI	10~20	10~20	1×10^9 80	
実施例8	PC	10~30	7~15	7×10^7 35	
実施例9	変性 PPE	10~30	7~15	7×10^7 30	
実施例10	フェノール樹脂	10~30	7~15	7×10^7 *10	

IC搬送トレーの特性					
色	導電性		摩耗発塵量		反り (mm)
	表面抵抗値 (Ω/\square)	静電気拡散性	発塵量	評価	
白	7×10^6	○	10	○	0.1
白	5×10^7	○	9	○	0.1
白	3×10^8	○	7	○	0.1
白	1×10^5	○	7	○	0.1
白	2×10^6	○	6	○	0.1
白	1×10^9	○	6	○	0.1
白	5×10^8	○	12	○	0.1
白	8×10^8	○	26	○	0.1
濃灰	2×10^5	○	16	○	0.6

* 20重量%カーボンブラック併用

【0099】

【表2】

樹脂	樹脂組成物				配合率 (重量%)
	酸化亜鉛ウイスカ			長さ (μ m)	アスペクト 比
	抵抗率 ($\Omega\text{-cm}$)				
比較例1	PP	8~50	5~20	5×10^2	60
比較例2	PP	0.4~2	5~10	2×10^8	60
比較例3	PP	—	—	—	—

IC搬送トレーの特性					
色	導電性		摩耗発塵量		反り (mm)
	表面抵抗値 (Ω/\square)	静電気拡散性	発塵量	評価	
灰	4×10^3	×	13	○	0.1
白	1×10^{12}	×	56	×	1.2
黒	3×10^3	×	100	×	0.2

【0100】次に、IC搬送トレーの特性評価について記す。

【0101】(表面抵抗の測定) 10mm角(厚さ2mm、抵抗率 $10^3 \Omega\text{-cm}$ 以下)の導電ゴム板2枚を電極に用いる。この導電ゴム板電極2枚を平行にし(距離: 10mm)、試料面に垂直に立て圧着する。これで、接触部の長さ10mmの電極が2本平行に10mm離れた電極系がで
きあがる。この電極両端の抵抗値を超絶縁抵抗計(H P
社製、High Resistance Meter 4329A)で読み取り
(電圧1000V)、みかけの表面抵抗値として Ω/\square の単位で表記する。

【0102】(摩耗発塵量の測定) 同品種のIC搬送トレーを2枚用意し、長辺側面を対向させ、均一にすり合わせ、この時に発生する摩耗発塵量を測定する。測定は発塵量を重量で測定し、結果は相対値で表記した。測定に用いるIC搬送トレーの金型は同一形状のものを基本

とし、その他の測定条件は以下の通りとする。

【0103】1. 往復運動: 300mm/s: 100回
2. 対向圧力: 10kg
3. 測定値は3回の平均値で求める。

【0104】(反りの測定) IC搬送トレーを基準平板上に置き、最大反りを測定した。反りが0.7mm以下を良品とする。

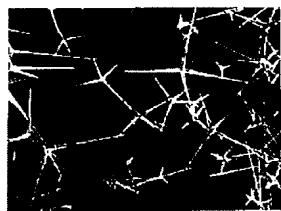
【0105】

【発明の効果】本発明によれば、以上のように最適な導電レベルを得ることができ、かつ成形精度が高くて反りの発生が小さく、また発塵も生じ難く、さらに白色から任意に彩色が可能で任意の色分けが可能な非帶電性包装材と非帶電性包装材用樹脂組成物、及びそれに用いるフイラーを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】酸化亜鉛ウイスカの電子顕微鏡写真である。

【図1】



100 μ m

【手続補正書】

【提出日】平成4年10月2日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図1

【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】酸化亜鉛ウイスカの結晶構造を示す電子顕微鏡写真である。